

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2933404号

(45) 発行日 平成11年(1999) 8月16日

(24) 登録日 平成11年(1999) 5月28日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

C 0 3 B 20/00

C 0 3 B 20/00

H

C 0 3 C 3/06

C 0 3 C 3/06

17/04

17/04

Z

C 3 0 B 15/10

C 3 0 B 15/10

請求項の数 3 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平3-93861

(22) 出願日 平成3年(1991) 4月24日

(65) 公開番号 特開平5-105577

(43) 公開日 平成5年(1993) 4月27日

審査請求日 平成3年(1991) 5月9日

審判番号 平8-7470

審判請求日 平成8年(1996) 5月15日

(31) 優先権主張番号 特願平2-166252

(32) 優先日 平2(1990) 6月25日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(73) 特許権者 999999999

信越石英 株式会社

東京都新宿区西新宿 1 丁目22番 2 号

(72) 発明者 松村 光男

福井県武生市北府 2 丁目13番60号 信越

石英株式会社 武生工場内

(72) 発明者 松井 宏

福井県武生市北府 2 丁目13番60号 信越

石英株式会社 武生工場内

(74) 代理人 弁理士 中村 稔 (外 6 名)

合議体

審判長 酒井 正己

審判官 唐戸 光雄

審判官 後藤 圭次

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボとその製造方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 回転している型内に結晶質天然石英粉末または該天然石英粉と合成シリカ粉との混合物を供給してルツボ形状の粉体層を形成し、前記粉体層の内面から加熱して該粉体層を熔融させ、多気泡のルツボ基体を形成する工程中またはその工程の後に、前記基体内に高温雰囲気を形成し、前記高温雰囲気中に OH 基含有量が 170 ppm 以下の高純度非晶質合成シリカ粉を供給して該高純度非晶質合成シリカ粉を少なくとも部分的に熔融させながら前記基体の内面に付着させ、前記基体の前記内面に所定厚さの透明合成シリカガラス層を形成することを特徴とするシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 に記載した石英ガラスルツボの製造方法において、前記高純度非晶質合成シリカ粉とし

2

て比表面積が  $5 \text{ m}^2/\text{g}$  以下のものを使用する方法。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 の方法により製造されたシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボに関する。とくに本発明は外層及び内層を有するシリコン単結晶引き上げ用の石英ガラスルツボ及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、チョコラスキー法によるシリコン単結晶の製造に際し、シリコン融液を収容する容器として石英ガラスルツボが使用されている。このシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボは、一般に天然に産出される水晶あるいは石英を粉砕し、次いで精製して得

BEST AVAILABLE COPY

た精製石英粉体を原料としてアーク加熱回転成型法により製造されている。

【0003】この方法により製造される石英ガラスルツボは、回転している型内にルツボ状に形成された原料粉体層を内側からアーク放電加熱によって熔融成形したものである。平滑な内表面を有し、層中に細かな気泡を高密度で含有する半透明の外観を呈したものである。このいわゆる多気泡層は外部加熱源からのルツボ内部への熱伝達を均一にする働きを有するが、シリコン単結晶引き上げのための石英ガラスルツボにおいては、この多気泡層の構造を有することと内面が平滑に形成されていることがシリコン単結晶の引き上げを安定化させるために極めて重要である。

【0004】しかし、本発明者らは、先に石英ガラスルツボの性能向上について鋭意研究を重ねた結果、ルツボの内面が平滑であることはもちろんのこと、この平滑な内表面をもつ所定の厚さ（約0.5mmから2mm）の実質的に無気泡の透明層を内層とし、外層は前記した多気泡層であるところの二層構造からなる石英ガラスルツボが極めて優れていることを確認し、そのルツボの構造、製造方法を提案した（特開平1-148718、同1-148782、同1-148783）。

【0005】上記それらの発明による石英ガラスルツボは、シリコン単結晶引き上げによるルツボ内表面の肌荒れ発生が非常に少なく、またルツボ内面にクリストパライトの斑点を発生することも少ないので、結果としてシリコン単結晶の引き上げを安定して遂行でき、シリコン単結晶の生産性を大幅に向上させるという利点をもっている。

【0006】ところで、近年の超LSI製造のためには高品質なシリコンウエハが要求されるが、この高品質のシリコンウエハを安定して製造する為には石英ガラスルツボの純度を一層高めることが必要になる。この要求に応えるためにルツボ製造の原料粉として従来の天然水晶粉に代えて合成石英粉を使用する試みがなされている。例えば米国特許第4,528,163号明細書には天然石英粒子で外側を形成し、内側を合成石英粒子でライニングし、このライニング層の表面に平滑な薄い非晶質層を形成した石英ルツボが記載されている。しかし、ここに教示されているルツボは、その内面に平滑な薄い非晶質の膜を有するが、それはせいぜい0.1mm程度のものであって、層全体が多気泡の構造であり、これは約0.5mm以上のような厚さの実質的に無気泡の透明層をもつルツボではないので、複数回の単結晶引き上げを行うような長時間の使用に耐えるものではなかった。

【0007】特公昭62-36974号公報、高純度の四塩化けい素を原料にして作った生成物の焼結品をその表面から熔融することによって高純度の合成石英ガラス物品（例えば石英ルツボ）を得ることを教示している。また、特開昭61-44793号公報は、内層をOH基

含有率200ppm以上の合成石英粉の熔融によって形成し、外層をOH基含有率100ppm以下の天然水晶粉の熔融によって形成してなるシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボを教示している。しかし、これら公報の教示に従って単純に合成石英粉の熔融によりガラス層を形成しても、得られるガラス層は十分に透明でないか、安定したシリコン単結晶引き上げを行ない得ないものとなる。さらに、これら2件の公報に開示されているルツボも前記したと同様に、いずれも内面に0.5mm以上のような厚さの実質的に無気泡の透明層をもつ構造ではないので、本発明者らが先に開発した二層構造のルツボがもつ性能を具備したものではない。

【0008】更に合成シリカガラス層を形成させるための原料として、結晶質合成シリカの使用も考えられるが、結晶質合成シリカはエステルシランやけい酸ソーダの加水分解又はハロゲン化シランの加水分解によって得られた非晶質シリカを、アルカリ等を結晶化の種として加熱失透により結晶化させ精製粉碎して製造するという多くの工程を経るので高価となり、経済的に実用化の段階には至っていない。

【0009】合成シリカ粉は一般に非晶質であり、ガラス層を形成するためには経済的である、という利点がある。しかし、非晶質のシリカ粉は融点が高いため滑らかな肌を得ることが困難であり、この性質が合成シリカ粉の使用に際しての障害となっている。

【0010】

【発明の解決しようとする課題】従って、本発明は実質的に無気泡の透明層を内層とし、多気泡層を外層とする二層構造の石英ガラスルツボにおいて、その内層を所定の厚さ（0.5mm以上）からなる高純度の合成シリカガラスで形成する方法及びその方法により製造されるルツボの提供を解決課題とする。さらに詳細に述べると、本発明が解決しようとする課題は、前記内層を構成する高純度の合成シリカガラスとして、特定の物性を有する合成シリカガラス粉を選択使用することにより、ルツボが高い機械的強度を維持しており、シリコン融液中へのルツボ材の溶け込みが一定化しており、高品質のシリコン単結晶の引き上げが安定して行われる高純度ルツボ及びその経済的に有利な製造方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため、本発明においては、外層部及び内層部を有するシリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボにおいて、外層部はNa、K、Li含有量それぞれ0.3ppm以下でAl含有量5ppm以上である結晶質天然石英粉を熔融してなる多気泡石英ガラス層で形成し、内層部は高純度の非晶質合成シリカ粉を熔融してなる実質的に無気泡の厚さ0.5mm以上の透明合成シリカガラス層で形成した構成とした。

【0012】上記において、外層部形成用結晶質天然石

英粉に非晶質合成シリカ粉を混合して使用することも可能であるが、その際混合粉のA1含有量が5ppm以上であることが望ましい。また特に、内層部を形成する非晶質合成シリカ粉としては、OH基を170ppm以下含有する非多孔性のシリカガラス粒子を使用することにより、目的の実質的に無気泡の透明合成シリカガラス層のOH基含有量を200ppm以下とすることができる。

【0013】そして、上記内層部すなわち実質的に無気泡の透明合成シリカガラス層を形成する手段として、回転する型内において、多気泡石英ガラス層からなるツルボ形状の外層を形成後またはその形成過程で、その外層の内面に透明合成シリカガラス層を構成する。この透明合成シリカガラス層の形成は、型とともに外層を回転させながら、型内部にアーク放電等による高温雰囲気を形成し、この高温雰囲気中に前記したOH基含有量が170ppm以下の非晶質合成シリカ粉を供給する。この非晶質合成シリカ粉は少なくとも部分的に熔融させられ、該外層の内面に向けて飛散し付着して、所定厚さの実質的に無気泡でOH基含有量が200ppm以下の透明合成シリカガラス層を形成する。さらに本発明の他の態様においては、非晶質合成シリカ粉として、非多孔性のものを使用する。非多孔性の尺度は、比表面積が5m<sup>2</sup>/g以下のものとする。

【0014】

【作 用】本発明の石英ガラスツルボは、外層がNa、K、Li含有量それぞれ0.3ppm以下でA1含有量5ppm以上の結晶質天然石英粉若しくはこの天然石英粉と非晶質合成シリカ粉との混合物を熔融してなる多気泡石英ガラス層である。この多気泡石英ガラス層は外部加熱源からのツルボの内部への熱伝導を均一にすると共にツルボの機械的強度を大きくし、シリコン単結晶引き上げ時(約1450℃)の熱変形を少なくしている。この外層の外表面近傍に結晶質石英成分が偏在するように構成すると、該熱変形は更に小さくすることができる。

【0015】上記においてA1含有量は耐熱強度に関し5ppm以上を必要とし、その上限は特に制限されるものではないが、結晶質天然石英粉の原料として通常使用される水晶のA1含有量は約60ppm以下であり、それ以上増加させても耐熱強度は特に向上しないので、5ないし60ppmのA1含有量の結晶質天然石英粉の使用が工業的に有利である。

【0016】更にアルカリ元素であるNa、K、Liの各イオンは石英ガラス中の高温の拡散速度が比較早く、内層表面の劣化に影響し、また製造されるシリコン単結晶の品質を悪くするので夫々の含有量が0.3ppm以下であることが必要である。内層は高純度非晶質合成シリカ粉を熔融してなるOH基含有量200ppm以下の厚さ少なくとも0.5mm以上を有する透明合成シリカガラス層である。この厚さ0.5mm以上の透明合成シリカガラス層は極めて高純度であり、OH基含有量が一定の範囲内

にあるので、シリコン融液内への溶損量が一定化し、シリコン融液表面の上下振動が抑制され、シリコン単結晶の引き上げが安定化し、結果として高抵抗値で結晶構造の微小欠陥が非常に少ない高品質のシリコン単結晶が高収率で得られる。

【0017】一方本発明に係わる製造方法は、回転する型内において、多気泡石英ガラス層からなるツルボ形状の外層すなわち基体を形成後にまたはその形成過程で、その基体内側にアーク放電等による高温雰囲気を形成し、基体内面を熔融ないしは軟化状態とする。この状態で、高温雰囲気中に非晶質合成シリカ粉を供給するので、シリカ粉は少なくとも一部が熔融されてツルボ内面に向けて飛散され、熔融ないしは軟化状態にあるツルボ内面に付着する。この付着積層により実質的に無気泡の透明な合成シリカガラス層が所定の厚さでツルボ基体上に一体的に形成される。

【0018】上記において非晶質合成シリカ粉は高純度であることのみならず、OH基含有量170ppm以下含有し、かつ非多孔性のシリカガラス粒子であることが重要である。このシリカガラス粒子がミクロ的に多孔質な構造のものであると、これを前記したアーク放電等による高温雰囲気中に供給し少なくとも部分的に熔融させて回転しているツルボ基体内面に付着させても気泡を沢山含む層が形成されるのみで実質的に無気泡の透明合成シリカガラス層を形成することはできない。

【0019】本発明の一形態におけるように、非多孔性の非晶質合成シリカ粉を使用した場合には、5ないし300g/分の割合でツルボ形状の外層基体内に供給し、内面から加熱熔融することにより無気泡の透明層が形成される。また、合成シリカガラス粉を使用することによる、滑らかな面が形成できない、という問題も解消される。

【0020】OH基が170ppm以上でも、内層として無気泡の透明層は容易に得られるが、製品内層のOH基含有量は原料より少し増加する傾向があるので、製品内層のOH基含有量は約200ppm以上のものになる。内層のOH基含有量が200ppm以上になるとシリコン単結晶引き上げ工程時におけるシリコン融液面の上下振動が起り、引き上げたシリコン単結晶の径の変動が増加したり、引き上げ不良率が増加し好ましくない。OH基含有量が500ppm以上になるとシリコン単結晶の引き上げ中にしばしば切断が起る。

【0021】このような所定量以下のOH基を含有し、かつ非多孔性である高純度非晶質合成シリカ粉は、例えば、テトラメトキシシラン、エチルオルソシリケートなどのテトラアルコキシシランあるいはテトラハロゲン化シラン等の原料を加水分解し、乾燥焼結するいわゆるゾルゲル法、火炎加水分解法あるいは他の公知の方法によりシリカを合成し、この合成段階で粉体を得るか、あるいはこの合成シリカを例えば脱泡熔融により透明ガラス

体とし、この透明ガラス体を粉砕することにより非多孔性のものとして得ることができる。

【0022】

【実施例】以下、本発明の実施例を図について説明する。第1図に示す回転型1は回転軸2を具え、型1内にキャビティ1aが形成されている。この型キャビティ1a内に外層部を構成する多気泡石英ガラスルツボ基体3が配置されている。基体3は、Na、K、Li含有量がそれぞれ0.3ppm以下でAl含有量が5ppm以上である結晶質天然石英粉若しくは、これと非晶質合成シリカ粉との混合粉を回転する型1内で所望のルツボ形状に予備成形し、この予備成形粉体を内面から加熱して粉末を熔融させ冷却することにより製造される。

【0023】次に型1を回転させながら熱源5を基体3内に挿入し加熱を行う。基体3は上端が開口しており、この開口はリング状の隙間を残すように蓋7で閉鎖する。熱源5でルツボ基体3内に高温ガス雰囲気8を形成させ、OH基濃度170ppm以下の高純度非晶質合成シリカ粉6をノズル9から少量づつ高温ガス雰囲気8内に供給する。合成シリカ粉6はOH基濃度170ppm以下の非晶質構造のものであればよいが、完全な透明シリカガラス層（内層部）を得るためには非多孔性のものであることが望ましい。更に本発明に使用される合成シリカ粉6は粒径30～1000 $\mu$ mのものが使用できるが、好ましくは粒径100～300 $\mu$ mであり、非多孔性を示す尺度として比表面積が5 $\text{m}^2/\text{g}$ 以下のものが望ましい。

【0024】合成シリカ粉6は基体3の内面に向けて供給され、基体3の内面に達する時には少なくとも一部が熔融状態になり、その時までには基体3の内面も熔融状態になり、供給される合成シリカ粉6はルツボ基体3の内面に付着し、該基体と一体的で実質的に無気泡な透明合成シリカガラス層4を構成する。合成シリカ粉6は、供給層10から、計量フィードにより供給量を調節しながらノズル9を介して供給される。第1図に示す実施例では、あらかじめ所要形状に成形した半透明石英ルツボ基体3を型1内に配置し、その内面に透明合成シリカガラス層4を形成させている。しかし結晶質天然石英粉又はこれと非晶質合成シリカ粉との混合粉を回転している型1内に供給し、型1の内面に沿って分布させ所要厚さの粉体層を形成し、型1を回転させながらこの石英粉体層を内面から加熱して熔融させ、ルツボ基体を形成する工程と同時に透明合成シリカガラス層を形成する工程を行ってもよい。この方法によれば、製造中のルツボ基体3\*

表 1

試料番号	非晶質合成シリカ粉 原料の物性	ルツボ外観
	比表面積	OH基

\*内に高温ガス雰囲気8が形成され、ルツボ基体の製造中にこの高温ガス雰囲気8内に合成シリカ粉6が供給され、基体とルツボとが同一の型1内で形成しうる利点がある。更に、ルツボ基体3の形成に際し、粉体層を内面から加熱熔融させる段階で加熱条件を調節し該粉体層のすべてをガラス化することなく、又は必要に応じて型の外部を冷却し、ルツボ基体3の外表面近傍に結晶質天然石英粉を偏在させることができる。

【0025】石英粉体層3及び合成シリカ粉6を加熱熔融するための手段としてカーボン等の電極5を使用するアーク放電等が有効である。電極としては陽極と陰極の最低2本が必要であるが、3本以上でアーク放電することも可能である。電極間隔と電極の先端とルツボ基体間の距離を調節することにより、粉体の熔融を制御し、ルツボ基体内に透明合成シリカガラス層4を形成することができる。熔融加熱中は温度調整の為に型1の上部に蓋7を設置するが、シリカ中に僅か含まれる微粉（粒径30 $\mu$ m以下）やシリカの昇華成分が飛散するので蓋7と型1とは密着させず、リング状の隙間を開けておくことが重要である。

【0026】第2図に上述の方法により形成される単結晶引き上げ用の石英ルツボを示す。すでに説明したように、このルツボは多気泡石英ガラス層として形成される外層3と、非晶質合成シリカ粉により形成された高純度の内層4とからなる。内層4はOH基含有量200ppm以下の透明合成シリカガラス層で、厚さは0.5mm以上である。外層3はNa、K、Liの含有量がそれぞれ0.3ppm以下で、Al含有量が5ppm以上である。

【0027】

【実施例1】前述の方法により、粒度分布100～300 $\mu$ mの結晶質天然石英粉を回転する成型用型内に供給し、厚さ14mmの粉体層を形成させ、アーク放電により内部から加熱熔融させると同時に非晶質合成シリカ粉をアーク放電による高温雰囲気中に供給し前記粉体層の内面に付着させ厚さ約1mmの透明合成シリカガラス層を有する肉厚7.9mm、直径14インチの石英ガラスルツボを作成した。

【0028】天然石英粉としては不純物としてNa0.16ppm、K0.10ppm、Li0.22ppm及びAl8.2ppmを含む水晶粉を使用し、内層として使用した高純度非晶質合成シリカ粉は粒度分布100～300 $\mu$ mの比表面積8、4、1及び0.5 $\text{m}^2/\text{g}$ のもので水酸基含有量の異なったものを選び実験した。その結果を次表に示す。

		(m <sup>2</sup> /q)	(ppm)	
【0029】	試料 1	0.5	62	無気泡透明な内層を示す。
	試料 2	0.5	161	同 上
	試料 3	1	43	同 上
	試料 4	4	73	同 上
	比較例1	0.5	250	無気泡透明な内層を示す。
	比較例2	0.5	620	同 上
	比較例3	8	63	気泡を含み内層が半透明になる。

【0030】

【実施例2】前記作製ルツボにつき、通常のチョコレート  
スキー法によりシリコン単結晶引き上げ製造をおこな

\* い、直径6インチの単結晶シリコンインゴット30kgを  
各ルツボで3本づつ連続して製造した。その単結晶比率  
の平均値を表2に示す。

表 2

試料番号	単 結 晶 比 率 (%)		
	1 本目	2 本目	3 本目
試料 1	100	90	80
試料 2	90	90	70
試料 3	90	90	70
試料 4	90	80	70
比較例1	90	50	—
比較例2	80	40	—
比較例3	80	50	—

本発明の試料1、2、3及び4は安定したシリコン単結  
晶の製造を示している。

【0031】比較例1及び2の場合は、2本目の引き上  
げでシリコン融液面のゆれが大きくルツボの膨張がみ  
られ湯漏れの危険を生じたので3本目の引き上げは不能で  
あった。比較例3は2本目の引き上げが不安定となり、  
3本目は単結晶引き上げが不能となったが、ルツボ内面  
特にシリコン融液面の部分の浸蝕がはげしく透明層が失  
われていることが原因と推定される。

【0032】ここで特に注目されることは、本発明の試  
料1、2、3及び4では3本の単結晶シリコンを製造し  
た後でも何れもその内表面に透明層が残存していたこと※

表 3

試料番号	単 結 晶 比 率 (%)		
	1 本目	2 本目	3 本目
試料 1	100	90	80
比較例4	100	90	70
比較例5	100	90	70
比較例6	90	50	—

比較例6は2本目の単結晶引き上げでルツボの膨張がみ  
られ変形を生じたので、3本目は中止した。

※である。

【0033】

【実施例3】「実施例1」の試料1の作製条件で、外層  
基体用としてNa 0.41 ppm、K 0.20 ppm、Li 0.2  
1 ppm 及びAl 7.9 ppm の不純物を含有する水晶粉を使用  
して作製したルツボ試料を比較例4とし、同時にNa  
0.30 ppm、K 0.45 ppm、Li 0.24 ppm、及びAl  
8.7 ppm 又はNa 0.18 ppm、K 0.08 ppm、Li 1.9  
ppm、及びAl 3.5 ppmの不純物を含有する水晶粉で作  
製したルツボ試料を夫々比較例5及び6とし、「実施例  
2」と同様な方法でシリコン単結晶比率を調べた結果を  
表3に示す。

【0034】更に、試料1及び比較例4、5で製造した  
単結晶シリコン夫々1本目と3本目の中央部につき比抵

抗値と酸素濃度を測定した値を表4に示す。

表 4

単結晶試料		比抵抗値 ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )	酸素濃度 ( $\times 10^{18} \text{ atm/cc}$ )
試料1で製造した単結晶	1本目	1300	1.6
	3本目	1200	1.5
比較例4で製造した単結晶	1本目	1300	1.8
	3本目	300	1.6
比較例5で製造した単結晶	1本目	1200	1.9
	3本目	180	1.7

表4から判るように本発明の試料1で引き上げ製造した単結晶シリコンは安定した高抵抗値を示し、酸素濃度も安定している。比較例4及び5ではルツボ外層部のアルカリ濃度の影響によると推定されるが、3本目の引き上げて高抵抗値のものが得られなかった。

【0035】

【実施例4】「実施例1」の試料1と同様の原料を使用し、回転する型内に先ず外層部の水晶粉体層を形成させ、次に非晶質合成シリカ粉を供給し水晶粉体層の内面に非晶質合成シリカ粉層を形成させてから、アーク放電で内部から加熱熔融して肉厚8mmの14インチの石英ルツボを作製して、ルツボ断面を調べた所透明な内層は肉眼で観察できなかった。尚このルツボで実験例2と同様な方法で単結晶比率を調べた所1本目は80%であったが2本目は50%に低下した。

【0036】

【実施例5】不純物としてNa 0.21ppm、K 0.13ppm、Li 0.19ppm及びAl 11.4ppmを含有する粒度分布100~300 $\mu\text{m}$ の水晶粉に、不純物濃度Na < 0.01ppm、K < 0.05ppm、Li < 0.01ppm Al 0.02ppm、Fe < 0.05ppm及びCu < 0.01ppmでOH基83ppmを有する粒度分布100~300 $\mu\text{m}$ の比表面積0.4 $\text{m}^2/\text{g}$ を有する非晶質合成シリカ粉を等量混合した混合粉をルツボ外層形成用原料とし、上記合成シリカ粉をルツボ内層用原料として、本発明実施例記載の方法で内面に厚さ1.1mmの合成シリカガラス透明層を有する肉厚8.0mmの径14インチの石英ガラスルツボを作成し実験例2記載の方法で単結晶比率を調べた所、表2の試料1と同様の良好な結果が得られた。

【0037】

【発明の効果】本発明の石英ルツボによれば、ルツボの耐熱強度が極めて大きく、単結晶引き上げ時にルツボの変形を生ずることなく、またルツボ内表面の部分的な侵蝕も殆どなく、複数回の単結晶引き上げを行っても従来維持しえなかった高抵抗単結晶を保ちつつ高い結晶比率を維持することができ、高品質のシリコン単結晶を高収率で得ることができる。更に、本発明の石英ルツボの製造に際して、ルツボ内層の合成シリカガラス層の原料として従来高価であった結晶質のものを使用することなく、製造の容易な非多孔性の合成シリカガラス粉を使用することにより本発明の石英ルツボを初めて工業的に有利に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

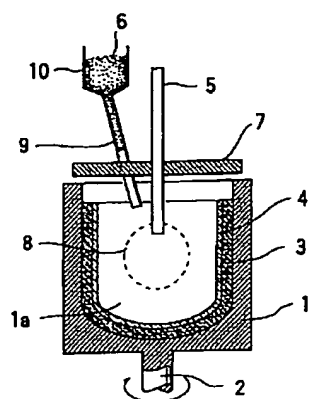
【図1】本発明の方法に使用される石英ルツボ製造用回転成型装置の断面概略図、

【図2】本発明の方法により得られる石英ルツボの一部切欠斜視図である。

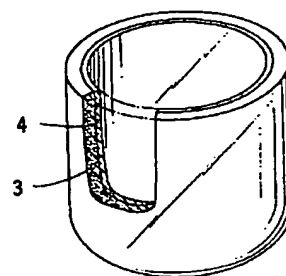
【符号の説明】

- 1 回転型、
- 1a キャビティ、
- 2 回転軸、
- 3 ルツボ基体（外層部）、
- 4 透明合成シリカガラス層、
- 5 電極（カーボン）、
- 6 合成シリカ粉、
- 7 蓋、
- 8 高温ガス雰囲気、
- 9 ノズル、
- 10 ホッパー。

【図1】



【図2】



---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開 平1-148718 (J P, A)  
特開 平1-261293 (J P, A)  
特開 昭56-17996 (J P, A)  
特開 昭53-113817 (J P, A)  
特開 昭59-129421 (J P, A)  
特開 昭59-213697 (J P, A)  
特開 平1-148783 (J P, A)

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**